Europäisches Patentamt European Patent Office

Office européen des brevets



EP 0 928 827 A1 (11)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG (12)

(43) Veröffentlichungstag: 14.07.1999 Patentblatt 1999/28

(21) Anmeldenummer: 98122765.5

(22) Anmeldetag: 01.12.1998

(51) Int. Cl.⁶: C11D 3/08, C11D 11/00, C01B 33/32

(84) Benannte Vertragsstaaten:

AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC NL PT SE

Benannte Erstreckungsstaaten:

AL LT LV MK RO SI

(30) Priorität: 19.12.1997 DE 19756696

(71) Anmelder: Clariant GmbH 65929 Frankfurt am Main (DE) (72) Erfinder:

- Bauer, Harald Dr. 50170 Kerpen (DE)
- · Holz, Josef Dipl.-Ing. 50374 Erftstadt (DE)
- · Schimmel, Günther Dr. 50374 Erftstadt (DE)

(54)Schichtsilikathaltige Wasch- und Reinigungsmittelkomponente

(57)Die Erfindung betrifft eine schichtsilikathaltige Wasch- und Reinigungsmittelkomponente, welche dadurch gekennzeichnet ist, daß sie eine Schüttdichte um weniger als 540 g/l, einen mittleren Teilchendurchmesser von mehr als 150 µm, einen Kornanteil unterhalb 150 µm von weniger als 10 %, einen Kornanteil oberhalb 1180 µm von weniger als 5 % und einen Fließfaktor von mehr als 15 aufweist.

Die Erfindung betrifft ebenfalls die Verwendung der vorgenannten schichtsilikathaltigen Wasch- und Reinigungsmittelkomponente zur Herstellung von Waschmittelbestandteilen.

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft eine schichtsilikathaltige Wasch- und Reinigungsmittelkomponente, dessen Verwendung zur Herstellung von Waschmittelbestandteilen und Waschmittelbestandteile, die die vorgenannte schichtsilikathaltige Wasch- und Reinigungsmittelkomponente enthalten.

[0002] Kristalline schichtförmige Natriumsilikate (Schichtsilikate) der Formel NaMSi_xO_{2x} • yH₂O, wobei M Natrium oder Wasserstoff bedeutet, x eine Zahl von 1,9 bis 4 und y eine Zahl von 0 bis 20 ist und bevorzugte Werte für x 2, 3 oder 4 sind, haben sich als geeignete Ersatzstoffe für die Gerüststoffe Phosphat und Zeolith erwiesen. Die Verwendung solcher kristallinen Schichtsilikate zur Enthärtung von Wasser wird beispielsweise in der EP-A-0 164 514 beschrieben. Bevorzugte kristalline Schichtsilikate sind solche, in denen M für Natrium steht und x die Werte 2 oder 3 annimmt. Bevorzugte Ersatzstoffe sind sowohl β- als auch δ-Natriumdisilikate (Na₂Si₂O₅ • yH₂O), wobei β-Natriumdisilikat beispielsweise nach dem Verfahren der PCT/WO 91/08171 erhalten werden kann.

[0003] β -Natriumdisilikat ist unter der Bezeichnung SKS 7 und δ -Natriumdisilikat ist unter der Bezeichnung SKS 6 im Handel erhältlich (Handelsprodukte der Fa. Clariant GmbH, Frankfurt). Diese Pulver weisen im allgemeinen ein Schüttgewicht unter 600 g/l auf und besitzen hohe Feinkornanteile. Üblicherweise enthalten sie mehr als 30 Gew.-% Teilchen mit einer Teilchengröße unterhalb 150 μ m.

[0004] Technisch werden moderne Waschmittel im allgemeinen hergestellt, indem pulverförmige Substanzen mit flüssigen Waschmittelinhaltsstoffen zu Granulaten agglomeriert werden. Häufig werden Granulate mit unterschiedlichen Waschmittelinhaltstoffen hergestellt. Anschließend werden die Granulate zum fertigen Waschmittel zusammengemischt. Damit eine Agglomeration möglich ist, müssen die festen Waschmittelinhaltsstoffe ein hinreichend hohes Tensidaufnahmevermögen besitzen.

[0005] Das Aufnahmevermögen für flüssige Waschmittelinhaltsstoffe, insbesondere Tenside, ist bei den vorgenannten Schichtsilikaten in Pulverform jedoch begrenzt. Wird die Aufnahmekapazität überschritten, ist das erhaltene Produkt nicht mehr fließfähig und kann in Wasch- und Reinigungsmitteln nicht verwendet werden.

[0006] Es ist daher Aufgabe der vorliegenden Erfindung, eine schichtsilikathaltige Wasch- und Reinigungsmittelkomponente zur Verfügung zu stellen, die eine hohe Aufnahmekapazität für andere Waschmittelinhaltsstoffe aufweist, ohne daß der Fließfaktor zu weit absinkt und gleichzeitig nach Aufnahme der Waschmittelinhaltsstoffe zu einem Waschmittelbestandteil führt, das als wesentlichen Bestandteil Schichtsilikate enthält. Der entstandene Waschmittelbestandteil soll dabei ebenfalls eine möglichst hohe Schüttdichte und einen ausreichend großen Fließfaktor aufweisen.

[0007] Diese Aufgabe wird gelöst durch eine schichtsilikathaltige Wasch- und Reinigungsmittelkomponente der eingangs genannten Art, dadurch gekennzeichnet, daß sie eine Schüttdichte von weniger als 540 g/l, einen mittleren Teilchendurchmesser von mehr als 150 μm, einen Kornanteil unterhalb 150 μm von weniger als 10 %, einen Kornanteil oberhalb 1180 μm von weniger als 2 % und einen Fließfaktor von mehr als 15 aufweist.

[0008] Bevorzugt beträgt der mittlere Teilchendurchmesser mehr als 400 µm.

[0009] Bevorzugt beträgt der Kornanteil unterhalb 150 μm weniger als 5 %.

[0010] Bevorzugt beträgt der Kornanteil oberhalb 1180 µm weniger als 2 %.

[0011] Bevorzugt beträgt der Fließfaktor mehr als 20.

[0012] Bevorzugt enthält die schichtsilikathaltige Wasch- und Reinigungsmittelkomponente

50 bis 98 Gew.-% Schichtsilikat,2 bis 50 Gew.-% Polycarboxylat und0 bis 20 Gew.-% Wasser.

[0013] Bevorzugt enthält sie

45

55

90 bis 98 Gew.-% Schichtsilikat, 1 bis 10 Gew.-% Polycarboxylat und 1 bis 10 Gew.-% Wasser.

[0014] Die Erfindung betrifft auch die Verwendung der vorgenannten schichtsilikathaltigen Wasch- und Reinigungsmittelkomponente zur Herstellung von Waschmittelbestandteilen.

[0015] Die zuvor genannten Aufgabe wird auch gelöst durch ein Waschmittelbestandteil, enthaltend

30 bis 98 Gew. -% der schichtsilikathaltigen Wasch- und Reinigungsmittelkomponente und 2 bis 70 Gew.-% an Waschmittelinhaltsstoffen.

[0016] Bevorzugt sind in dem Waschmittelbestandteil

50 bis 95 Gew.-% der schichtsilikathaltigen Wasch- und Reinigungsmittelkomponente und 5 bis 50 Gew.-% an Waschmittelinhaltsstoffen enthalten.

- 5 **[0017]** Bei den Waschmittelinhaltsstoffen handelt es sich bevorzugt um anionische, kationischeund/oder nichtionische Tenside. Übliche flüssige Waschmittelinhaltsstoffe können ebenfalls eingesetzt werden.
 - [0018] Bevorzugt werden die anionischen Tenside in der sauren und in der neutralisierten Form eingesetzt.
 - [0019] Bei den üblichen flüssigen Waschmittelinhaltsstoffen handelt es sich bevorzugt um Polycarboxylate, Soil-release-Polymere, Polyvinylpyrrolidon und/oder Silikone.
- [0020] Bevorzugt weist der Waschmittelbestandteil eine Schüttdichte von mehr als 540 g/l, einem mittleren Teilchendurchmesser von mehr als 360 μm, einem Kornanteil unterhalb von 150μm von weniger als 2 %, einem Kornanteil von oberhalb 1180 μm von weniger als 10 % und einem Fließfaktor von mehr als 4 auf.
 - [0021] Bevorzugt beträgt der mittlere Teilchendurchmesser mehr als 500 µm.
 - [0022] Bevorzugt beträgt der Fließfaktor mehr als 8.
 - [0023] Die in Waschmitteln verwendeten Inhaltsstoffe haben verschiedene Funktionen. Die festen Silikate dienen der Wasserenthärtung. Soda und Natriumbicarbonat puffern die Alkalität der Waschlauge. Tenside, die häufig flüssig eingesetzt werden, dienen der Schmutzentfernung. Bleichsubstanzen wie Perborat, Percarbonate oder organische Sauerstoffträger und Bleichaktivatoren bzw. -katalysatoren wie Tetraacetyldiamin oder bestimmte Mangankomplexe dienen der Fleckentfernung. Enzyme wie Proteasen, Amylasen und Lipasen unterstützen die Schmutzentfernung. Soilrelease-polymere, Cellulasen, Carboxymethylcellulose und Polyvinylpyrrolidon dienen dem Schutz der Fasern und Farben. Optische Aufheller verstärken den optischen Weißeindruck der Wäsche. Komplexbildner sowie Phosphonate dienen der Komplexierung von störenden Schwermetallspuren. Phosphonate und Polycarboxylate werden zur Schmutzdispergierung eingesetzt. Antischaummittel, Parfüm und Füllstoffe runden die üblichen Waschmittelformulierungen ab. Solche Substanzen und ihre Wirkungsweise sind dem bekannten Stand der Technik zu entnehmen.
 - [0024] Erfindungsgemaß können die folgenden Bestandteile eingesetzt werden.

Silikate

25

[0025] Eingesetzt werden können Natriumschichtsilikate der allgemeinen Formel $Na_2Si_xO_{2x+1}yH_2O$ in der x eine Zahl von 1,9 bis 4 und y eine Zahl von 0 bis 20 ist. Besonders bevorzugt ist ein in der δ -Phase kristallisierendes Dinatriumdisilikat, das von Fa. Clariant GmbH, Frankfurt unter der Bezeichnung SKS-6 erhältlich ist. Besonders geeignet sind auch Dinatriumdisilikate, die in der sog. beta-Form kristallisiert sind.

[0026] Auch andere Schichtsilikate, wie z.B. Kalium-, Calcium- und Magnesium-dotierte Schichtsilikate wie sie in der EP 0 267 371 A1 und EP 0 550 048 A1 genannt werden oder Kalium-dotierte Schichtsilikate gemäß der PCT/WO 96/01307, sind verwendbar.

[0027] Weiterhin verwendbar sind siliziumreiche Natriumschichtsilikate der allgemeinen Formel $Na_2Si_xO_{2x+1}yH_2O$, in der x eine Zahl von 4 bis 25 und y eine Zahl von 0 bis 20 ist. Besonders bevorzugt sind hierbei Natriumschichtsilikate, bei denen x etwa gleich 8, 14 bzw. 20 bis 22 ist und deren Kristallstruktur sich vom llerit, Magadiit bzw. Kenyait ableiten.

40 Tenside

45

55

[0028] Besonders geeignet sind nichtionische Tenside vom Typ ethoxylierte Fettalkohole sowie Alkylpolyglykoside oder auch anionische Tenside vom Sulfonat-Typ. Auch andere, flüssige Tenside sind im Rahmen der Erfindung verwendbar.

Nichtionische Tenside

[0029] Als nichtionische Tenside werden vorzugsweise alkorylierte, vorteilhalterweise ethoxylierte, insbesondere primäre Alkohole mit vorzugsweise 8 bis 18 Kohlenstoffatomen und durchschnittlich 1 bis 12 Mol Ethylenoxid pro Mol Alkohol eingesetzt, in denen der Alkoholrest linear oder verzweigt, gesättigt oder ungesättigt sein kann oder lineare und verzweigte, gesättigte oder ungesättigte Reste im Gemisch enthalten sein können, so wie sie üblicherweise in Oxoal-koholresten vorliegen.

Alkylpolyglykoside

[0030] Bevorzugt können Alkylglykoside der allgemeinen Formel $RO(G)_X$ eingesetzt werden, in der R einen primären geradkettigen oder methylverzweigten, insbesondere in 2-Stellung methylverzweigten aliphatischen Rest mit 8 bis 22, vorzugsweise 12 bis 18 Kohlenstoffatomen bedeutet und G für eine Glykoseeinheit mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen, vor-

zugsweise für Glucose, steht. Der Oligomerisierungsgrad x, der die Verteilung von Monoglykosiden und Oligoglykosiden angibt, ist eine beliebige Zahl zwischen 1 und 10; vorzugsweise liegt x bei 1,2 bis 1,4.

[0031] Eine weitere Klasse bevorzugt eingesetzter nichtionischer Tenside, die entweder allein als nichtionisches Tensid oder in Kombination mit anderen nichtionischen Tensiden, insbesondere zusammen mit alkoxylierten Fettalkoholen eingesetzt werden können, sind alkoxylierte, vorzugsweise ethoxylierte oder ethoxylierte und propoxylierte Fettsäure-alkylester, vorzugsweise mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen in der Alkylkette, insbesondere Fettsäuremethylester, wie sie beispielsweise in der JP 58/217598 beschrieben sind oder solche, die nach dem in der PCT/WO A 90/13533 beschriebenen Verfahren hergestellt werden.

[0032] Auch nichtionische Tenside vom Typ der Aminoxide können geeignet sein.

Glucamid

10

[0033] Weitere geeignete Tenside sind Glucamide, das sind Polyhydroxyfettsäureamide der Formel R_2 -CO-N(R_3)-Z, in der R_2 CO für einen aliphatischen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, R_3 für Wasserstoff, einen Alkyl- oder Hydroxyalkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen und Z für einen linearen oder verzweigten Polyhydroxyalkylrest mit 3 bis 10 Kohlenstoffatomen und 3 bis 10 Hydroxylgruppen steht.

[0034] Bei den Polyhydroxyfettsäureamiden handelt es sich um bekannte Stoffe, die durch reduktive Aminierung eines reduzierenden Zuckers mit Ammoniak, einem Alkylamin oder einem Alkanolamin und nachfolgende Acylierung mit einer Fettsäure, einem Fettsäurealkylester oder einem Fettsäurechiorid erhalten werden können.

[0035] Als anionische Tenside vom Sulfonat-Typ kommen vorzugsweise C_9 - C_{13} -Alkylbenzolsulfonate, alpha-Olefinsulfonate und Alkansulfonate in Betracht. Geeignet sind auch Ester von Sulfofettsäuren und die Disalze der alpha-Sulfofettsäuren. Weitere geeignete anionische Tenside sind sulfierte Fettsäureglycerinester, welche Mono-, Di- und Triester sowie deren Gemische darstellen, wie sie bei der Herstellung durch Veresterung durch 1 Mol Monoglycerin mit 1 bis 3 Mol Fettsäure oder bei der Umesterung von Triglyceriden mit 0,3 bis 2 Mol Glycerin erhalten werden. Als Alkylsulfate eignen sich insbesondere die Schwefelsäuremonoester der C_{12} - C_{18} -Fettalkohole wie Lauryl-, Myristyl-, Cetyloder Stearylalkohol, und die aus Kokosöl, Palm- und Palmkernöl gewonnenen Fettalkoholgemische, die zusätzlich noch Anteile an ungesättigten Alkoholen, beispielsweise an Olevlalkohol, enthalten können.

[0036] Als weitere anionische Tenside kommen insbesondere Seifen in Betracht. Geeignet sind gesättigte Fettsäureseifen, wie die Salze der Laurinsäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Stearinsäure, hydrierte Erucasäure und Behensäure sowie insbesondere die aus natürlichen Fettsäuren, beispielsweise Kokos-, Palmkern- oder Talgfettsäuren abgeleiteten Seifengemische.

[0037] Die anionischen Tenside können in Form ihrer Natrium-, Kalium- oder Ammoniumsalze sowie als lösliche Salze organischer Basen, wie Mono-, Di- oder Triethanolamin, vorliegen. Vorzugsweise liegen die anionischen Tenside in Form ihrer Natrium- oder Kaliumsalze, insbesondere in Form der Natriumsalze vor. Bevorzugt können die anionischen Tenside als freie Säure oder als Gemische von Säure und Salz eingesetzt werden.

Fließfähigkeit

50

[0038] Die Fließfähigkeit von Schüttgütern kann mit Hilfe des ff_c-Wertes charakterisiert werden. Die Messung der Fließeigenschaften wird in einem Ringschergerät durchgeführt. Dazu wird eine Materialprobe in der zylindrischen Ringmesskammer unter Einwirkung einer Spannung und gleichzeitiger Drehung des Kammerbodens gegen den Kammerdeckel verfestigt. Zur besseren Kraftübertragung sind an Kammerboden und -deckel Mitnehmerbleche angebracht Dann wird die Spannung bestimmt, bei der das das Material durch die Torsionsbewegung gerade schon geschert wird. Dies wird von D. Schulze in Chem.-Ing.-Techn. 67 (1995) 60-68 beschrieben. Der ff_c-Wert ist gleich dem Quotienten von Verfestigungsspannung Sigma₁ durch die Schüttgutfestigkeit Sigma_c.

[0039] Hiernach markieren ff_c-Werte von 2 bis 4 kohäsive Schüttgüter, Werte von 4 bis 10 leicht fließende und Werte über 10 frei fließende Produkte.

Bedeutung des Fließfaktors für Waschmittel

[0040] Für die Herstellung moderner Waschmittel in Pulver- oder Granulatform müssen bereits die Rohstoffe eine Reihe von vorteilhaften Eigenschaften aufweisen. Sowohl das Waschmittel selbst (entspricht der Summe aller Inhaltstoffe) als auch die Zwischenstufen bei der Herstellung müssen einen ausreichend hohen Fließfaktor besitzen, um eine gute Handhabung bei der Waschmittelherstellung und auf dem Weg zum und beim Verbraucher zu sichern. Unter guter Handhabung versteht man zum Beispiel den einfachen Transport des Materials bei der Herstellung (rieselfähig), das Unterbleiben von Verklumpungen und Anbackungen bei der Herstellung und schließlich auch in der Endverpackung. [0041] Eine möglichst einheitliche Teilchengröße, die der des endgültigen Waschmittels möglichst nahe kommen soll, ist Voraussetzung für eine gute Rieselfähigkeit des Materials. Für eine problemlose und sichere Handhabung ist von

den festen Waschmittelrohstoffen auch ein geringer Gehalt an Teilchen mit sehr geringem Teilchendurchmesser zu fordern. Insgesamt hat die Fließfahigkeit, charakteriisert durch den Fließfaktor, einen erheblichen Einfluß auf die Handhabbarkeit des Materials.

5 Beispiel 1 (Erfindung)

[0042] SKS-6-Pulver wird in einem Pflugscharmischer der Fa. Lödige vorgelegt. Unter kräftigem Mischen wird eine wäßrige Lösung eines Polycarboxylats (Handelsprodukt "W74454" der Fa. Stockhausen, Krefeld) aufgesprüht. Das Produkt wird in einem Warmlufttrockenschrank bei 110 °C getrocknet. Es wird eine schichtsilikathaltige Wasch- und Reinigungsmittelkomponente mit einem SKS-6-Gehalt von 86,6 Gew.-%, einem Polycarboxylat-Gehalt von 9,7 Gew.-%und einem Hydratwassergehalt von 3,7 Gew-% erhalten. Die weiteren Analysendaten sind in Tabelle 1 aufgeführt.

Beispiel 2 (Erfindung)

[0043] In einem Mischer (Fa. Hobart) werden 3,5 kg schichtsilikathaltige Wasch- und Reinigungsmittelkomponente (aus Beispiel 1) vorgelegt. Es werden 750 g ®APG 600 UP und 750 g ®Dehydol LT 7 in einem 2-1-Becherglas unter Rühren bei einer Temperatur von 80 °C geschmolzen und unter langsamem Rühren mit Hilfe eines beheizbaren Tropftrichters zudosiert. Die Mischzeit beträgt 0,5 h. Das entstandene Produkt wird in einem Umluftrokkenschrank bei einer Temperatur von 110 °C getrocknet. Das getrocknete Produkt wird manuell durch ein 1180 μm-Sieb gesiebt. Das Überkorn wird mit einer Mühle der Fa. Retsch gemahlen und noch einmal gesiebt. Die verschiedenen Siebfraktionen werden gut miteinander vermischt. Der Waschmittelbestandteil weist einen ff_c-Wert von 14,6 auf.

Beispiel 3 (Erfindung)

25 [0044] Auf ein elektrisches Schwingsieb (Typ: TMA 3070 der Fa. Siemens) mit einem Metallsieb der Maschenweite 1250 μm werden 150 kg SKS-6 Pulver in Portionen aufgegeben. Die durch das Sieb gegangene Fraktion wird dann in dem gleichen Apparat über ein 250 μm-Sieb gesiebt. Es werden 37 kg eines Materials mit einer Teilchengröße zwischen 250 μm und 1250 μm erhalten. Die weiteren Analysendaten sind in Tabelle 1 aufgeführt.

30 Beispiel 4 (Erfindung)

[0045] Entsprechend Beispiel 2 wird aus 3,0 kg grobkörnigem SKS-6 Pulver von Beispiel 3 und 1,0 kg $^{\circledR}$ APG 600 UP und 1,0 kg $^{\circledR}$ Dehydol LT 7 ein Waschmittelbestandteil hergestellt. Das Material weist einen ff $_{\r}$ c-Wert von 8 auf. Die weiteren Analysendaten sind in Tabelle 1 aufgeführt.

Beispiel 5 (Erfindung)

35

[0046] In einem Mischer der Fa. Hobart wird ein Vollwaschmittel basierend auf dem Waschmittelbestandteil des Beispiels 2 hergestellt, indem die in Tabelle 2 aufgeführten Komponenten nacheinander miteinander vermischt wurden. Die Zusammensetzung des erhaltenen Waschmittels ist in Tabelle 2 aufgeführt.

[0047] In einer haushaltsüblichen Waschmaschine (Typ: W 917, Fa. Miele) werden bei 60 °C und einer Wasserhärte von 18 °dH spezielle Testgewebe mit diesem Testwaschmittel bei einer Dosierung von 75 g Waschmittel/Waschgang wiederholt (15 mal) gewaschen. Den Testgeweben, dies sind insbesondere ein Baumwollfrottee- (Fa. Vossen), jeweils ein Baumwolldoppelripp- und Standardbaumwollgewebe der Fa. Wäschereiforschung Krefeld Testgewebe GmbH und ein Standardbaumwollgewebe der Eidgenössischen Materialprüfanstalt St. Gallen, Schweiz, wird weiterer Wäscheballast (3,75 kg) beigefügt. Nach 15 Wäschen wird von jedem der Gewebe eine Probe genommen und diese in einem Muffelofen bei einer Temperatur 1000 °C und einer Zeitdauer von 24 Stunden verascht.

[0048] Als Mittelwert der Aschewerte der Einzelgewebe werden nach 15 Wäschen 1,83 % bestimmt.

50 Beispiel 6 (Erfindung)

[0049] In einem Mischer der Fa. Hobart wurde ein Vollwaschmittel basierend auf dem Waschmittelbestandteil des Beispiels 4 hergestellt, indem die in Tabelle 2 aufgeführten Komponenten nacheinander miteinander vermischt wurden. Die Zusammensetzung des Waschmittels ist in Tabelle 2 aufgeführt. Wie in Beispiel 5 aufgeführt, werden mit diesem Testwaschmittel in einer Haushaltswaschmaschine Testgewebe gewaschen. Als Mittelwert der Aschewerte der Einzelgewebe werden nach 15 Wäschen 1,97 % bestimmt.

Beispiel 7 (Erfindung)

[0050] Entsprechend Beispiel 1 wird aus SKS-6-Pulver und einer Polycarboxylatlösung eine schichtsilikathaltige Wasch- und Reinigungsmittelkomponente erhalten. Die weiteren Analysendaten sind in Tabelle 1 aufgeführt.

Beispiel 8 (Erfindung)

5

25

35

5

5

[0051] Entsprechend Beispiel 2 wird in einem Hobart-Mischer aus 4 kg schichtsilikathaltige Wasch- und Reinigungsmittelkomponente (aus Beispiel 7) und 1 kg nichtionischem Tensid [®]Genapol OA 080 ein Waschmittelbestandteil hergestellt. Das Material weist einen ff_c-Wert von 5,2 auf. Die weiteren Analysendaten sind in Tabelle 1 aufgeführt.

Beispiel 9 (Erfindung)

[0052] 500 g schichtsilikathaltige Wasch- und Reinigungsmittelkomponente (aus Beispiel 7) und 350 g [®]Marlon A375 werden gemischt und bei 110 °C getrocknet. Das Material weist einen ff_c-Wert von 4,2 auf Die weiteren Analysendaten sind in Tabelle 1 aufgeführt.

Beispiel 10 (Erfindung)

[0053] Entsprechend Beispiel 2 werden 3,25 kg SKS-6 aus Beispiel 3 und 1,75 kg [®]Marlon A 365 gemischt und bei 110 °C getrocknet. Das Material weist einen ff_c-Wert von 5,2 auf. Die weiteren Analysendaten sind in Tabelle 1 aufgeführt.

Beispiel 11 (Erfindung)

[0054] Entsprechend Beispiel 2 werden 3,25 kg SKS-6 aus Beispiel 3 und 520 g HLAS (96,6 Gew.-% Aktivsubstanz) gemischt und bei 110 °C getrocknet. Das Material weist einen ff_c-Wert von 4,4 auf. Die weiteren Analysendaten sind in Tabelle 1 aufgeführt.

30 Beispiel 12 (Vergleich)

[0055] Auf ein elektrisches Schwingsieb (Typ: TMA 3070 der Fa. Siemens) mit einem Metallsieb der Maschenweite 500 μm werden portionsweise 10 kg SKS-6 Pulver aufgegeben. Als Unterkorn werden 8,15 kg SKS-6-Pulver erhalten. Die weiteren Analysendaten sind in Tabelle 1 aufgeführt.

Beispiel 13 (Vergleich)

[0056] Entsprechend der Vorgehensweise in Beispiel 2 wird aus feinkörnigem SKS-6 Pulver von Beispiel 7 ein SKS-6-Tensid-Compound hergestellt. Es wird ein ff_c-Wert von 2,8 gemessen, was bedeutet, daß dieses Tensidcompound ein wesentlich schlechteres Fließvermögen besitzt als der Waschmittelbestandteil aus Beispiel 2.

Tabelle 1

Beispiel		1	2	3	4	7	8	9	10	11	12	13
		Erfindungsgemäß						Vergleich				
SKS- 6	Gew %	86,6	60,62	100	60	71	57	52	65	65	100	70
Poly- car- boxy lat A	Gew %	9,7	6,79	-	-	20	16	14,6	-	-	-	-
Was- ser	Gew %	3,7	10,09	-	-	9	-	2,2	-	-	-	-
APG	Gew %	-	7,5	-	20	-	-	-	-	-	-	7,5

Tabelle 1 (fortgesetzt)

Beispiel		1	2	3	4	7	8	9	10	11	12	13	
			Erfindungsgemäß									Vergleich	
NIO I	Gew %	-	15	-	20	-	-	-	-	-	-	15	
NIO II	Gew %	-	-	-	-	-	20	-	-	-	-	-	
LASI	Gew %	-	-	-	-	-	-	31,2	-	-	-	-	
LAS II	Gew %	-	-	-	-	-	-	-	35	-	-	-	
HLAS	Gew %	-	-	-	-	-	-	-	-	35	-	-	
Schüt tdicht e	g/l	447	728	369	520	530	617	695	540	434	558	602	
d50	μm	447	552,5	516,2	649,1	782,8	820	740	855,2	1118	134	354,	
ffc- Wert	-	37,4	14,6	29,4	8	59,2	5,2	3,2	5,2	4,4	10,9	2,	
>118 0μ	%	0,38	3,55	0,24	0,81	2,26	2,4	14,3	6,3	43,2	0,54	4,	
>100 0μ	%	4,37	9,74	2,69	6,27	13,35	13,7	25	19,15	63	1,32	6,2	
>710 μ	%	19,1	30,99	21,99	39,55	62,28	71,9	52,9	80,93	89,9	2,14	11,4	
>425 μ	%	52,55	65,38	62,18	88,43	95,16	100	81	99,7	98,8	5,46	25,	
>212 μ	%	90,76	99,8	-	100	100	100	93,8	100	99,9	29,9	99,	
>150 μ	%	96,44	100	99,08	100	100	100	96,6	100	100	42,2	99,	
<150 μ	%	3,56	0	0,02	0	0	0	3,4	0	0	57,8	0,	

50

55

Tabelle 2

	Beispiel 5	Beispiel 6
Tensidcompound	33,3	25

Tabelle 2 (fortgesetzt)

Beispiel 5 Beispiel 6 (APG) (5) (5) (NIO I) (5) (5) SKS-6 20 25 Polycarboxylat A (2,26)0 Polycarboxylat B 0 2,26 LAS III 9 9 Percarbonat 20 20 **TAED** 5 5 2 2 Enzym 1 1 Entschäumer 9 Sulfat 9

20

30

35

5

10

15

[0057] Die Zahlen in Klammern geben die Substanzmengen an, die über die Waschmittelbestandteile in das Waschmittel eingebracht werd.

[0058] Verwendete Substanzen:

[®]APG 600 UP W (ca. 50%ige Lösung), Fa. Henkel

NIO I:

Regenapol OA 080, Fa. Clariant
LAS I:

Regenapol OA 075, Fa. Hüls
Regenapol OA 080, Fa. Hüls

LAS III [®]Marlon ARL, Fa. Hüls HLAS Alkylbenzolsulfonsäure

SKS-6: Schichtsilikat SKS-6 Pulver, Fa. Clariant

Polycarboxylat A: W74454 der Fa. Stockhausen
Polycarboxylat B: [®]Sokalan CP5, Fa. BASF
Percarbonat: [®]Oxyper C, Fa. Solvay Interox
TAED: TAED 4049, Fa. Clariant

Enzym: [®]Opticlean 375+ (Protease), Fa. Solvay Enzymes

Entschäumer: 11.Plv.ASP3, Fa. Wacker Sulfat: Leichtsulfat, Fa. Solvay

40

45

50

55

Patentansprüche

- 1. Schichtsilikathaltige Wasch- und Reinigungsmittelkomponente, dadurch gekennzeichnet, daß sie eine Schüttdichte um weniger als 540 g/l, einen mittleren Teilchendurchmesser von mehr als 150 μm, einen Kornanteil unterhalb 150 μm von weniger als 10 %, einen Kornanteil oberhalb 1180 μm von weniger als 5 % und einen Fließfaktor von mehr als 15 aufweist.
- 2. Schichtsilikathaltige Wasch- und Reinigungsmittelkomponente nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der mittlere Teilchendurchmesser mehr als 400 μm beträgt.
- 3. Schichtsilikathaltige Wasch- und Reinigungsmittelkomponente nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Kornanteil unterhalb 150 μm weniger als 5 % beträgt.
- 4. Schichtsilikathaltige Wasch- und Reinigungsmittelkomponente nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Kornanteil oberhalb 1180 μm weniger als 2 % beträgt.
 - 5. Schichtsilikathaltige Wasch- und Reinigungsmittelkomponente nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Fließfaktor mehr als 20 beträgt.

6. Schichtsilikathaltige Wasch- und Reinigungsmittelkomponente nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß sie

50 bis 98 Gew.-% Schichtsilikat, 2 bis 50 Gew.-% Polycarboxylat und 0 bis 20 Gew.-% Wasser enthält.

7. Schichtsilikathaltige Wasch- und Reinigungsmittelkomponente nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß sie

90 bis 98 Gew.-% Schichtsilikat, 1 bis 10 Gew.-% Polycarboxylat und 1 bis 10 Gew.-% Wasser enthält.

- **8.** Verwendung der schichtsilikathaltigen Wasch- und Reinigungsmittelkomponente nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7 zur Herstellung von Waschmittelbestandteilen.
- 20 9. Waschmittelbestandteil, enthaltend

30 bis 98 Gew.-% der schichtsilikathaltigen Wasch- und Reinigungsmittelkomponente und 2 bis 70 Gew.-% an Waschmittelinhaltsstoffen.

25 10. Waschmittelbestandteil nach Anspruch 9, enthaltend

50 bis 95 Gew.-% der schichtsilikathaltigen Wasch- und Reinigungsmittelkomponente und 5 bis 50 Gew.-% an Waschmittelinhaltsstoffen.

- 30 **11.** Waschmittelbestandteil nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei den Waschmittelinhaltsstoffen um anionische, kationische und/oder nichtionische Tenside handelt.
 - **12.** Waschmittelbestandteil nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß die anionischen Tenside in der sauren und in der neutralisierten Form eingesetzt werden.
 - **13.** Waschmittelbestandteil nach Anspruch 9 oder 10, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei ihnen um Soil-release-Polymere, Polyvinylpyrolidon und/oder Silikone handelt.
- 14. Waschmittelbestandteil nach einem oder mehreren der Ansprüche 9 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß es eine Schüttdichte von mehr als 500 g/l, einem mittleren Teilchendurchmesser von mehr als 360 μm, einem Kornanteil unterhalb von 150 μm von weniger als 2 %, einem Kornanteil von oberhalb 1180 μm von weniger als 10% und einem Fließfaktor von mehr als 4 aufweist.
 - **15.** Waschmittelbestandteil nach einem oder mehreren der Ansprüche 9 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß der mittlere Teilchendurchmesser mehr als 500 μm beträgt.
 - **16.** Waschmittelbestandteil nach einem oder mehreren der Ansprüche 9 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß der Fließfaktor mehr als 8 beträgt.

50

45

35

5

15

55



EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung EP 98 12 2765

A A A	der maßgeblicher DE 43 29 392 A (HENI * Seite 2, Zeile 54 * Seite 3, Zeile 54 DE 43 29 064 A (HENI * Ansprüche; Beispie	(EL KGAA) 2. März 1995 - Zeile 62 * - Zeile 64 * 	Betrifft Anspruch 6-13 6-13 1 1-4	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (INT.CL.6) C11D3/08 C11D11/00 C01B33/32
A A A	* Seite 2, Zeile 54 * Seite 3, Zeile 54 * Seite 3, Zeile 54 DE 43 29 064 A (HENI * Ansprüche; Beispie DE 37 42 043 A (HOEC * das ganze Dokument US 5 567 404 A (LEE 22. Oktober 1996 * Ansprüche; Beispie	- Zeile 62 * - Zeile 64 *	6-13	C11D11/00
A A	* Ansprüche; Beispie DE 37 42 043 A (HOEO * das ganze Dokument US 5 567 404 A (LEE 22. Oktober 1996 * Ansprüche; Beispie	ele * CHST AG.) 22. Juni 1989 : * ET AL.)	1	
A	* das ganze Dokument US 5 567 404 A (LEE 22. Oktober 1996 * Ansprüche; Beispie	: * ET AL.)		
A	22. Oktober 1996 * Ansprüche; Beispie	•	1-4	
1	DATABASE WPI			
	Section Ch, Week 923 Derwent Publications Class D25, AN 92-093 XP002900418 & JP 04 036398 A (L3 , 6. Februar 1992 * Zusammenfassung *	s Ltd., London, GB; 3070	9-14	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.6)
	DATABASE WPI Section Ch, Week 980 Derwent Publication: Class A97, AN 98-059 XP002900419 & JP 09 302393 A (L., 25. November 1997 * Zusammenfassung *	s Ltd., London, GB; 9505	9-14	C01B
Der vor	tiegende Recherchenhericht wurd	de für alle Patentansprüche erstellt		
	Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	<u> </u>	Prüfer
	WIEN	9. April 1999	SEI	RAFI
X : von t Y : von t ande A : techr	TEGORIE DER GENANNTEN DOKU Desonderer Bedeutung allein betrachte Desonderer Bedeutung in Verbindung Deren Veröffentlichung derselben Katego Diologischer Hintergrund Diohriftliche Offenbarung	MENTE T : der Erfindung zu E : älteres Patentdo nach dem Anmel mit einer D : in der Anmeldun rie L : aus anderen Grü	grunde liegende cument, das jedo dedatum veröffer g angeführtes Do nden angeführtes	Theorien oder Grundsätze och erst am oder ntlicht worden ist kument

ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.

EP 98 12 2765

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.
Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

09-04-1999

	entdokument'	Datum der Veröffentlichung		Datum der Veröffentlichung	
DE 43293	92 A	02-03-1995	AT DE WO EP ES JP	151453 T 59402397 D 9506707 A 0716684 A 2100742 T 9501978 T	15-04-199 15-05-199 09-03-199 19-06-199 16-06-199 25-02-199
DE 43290	64 A	02-03-1995	AT DE WO EP ES JP	150786 T 59402250 D 9506705 A 0715648 A 2100085 T 9501963 T	15-04-199 30-04-199 09-03-199 12-06-199 01-06-199 25-02-199
DE 37420	43 A	22-06-1989	AT DE EP JP JP PT US	72206 T 3868252 A 0320770 A 1192718 A 2641278 B 89198 A,B 4950310 A	15-02-199 12-03-199 21-06-198 02-08-198 13-08-199 29-12-198 21-08-199
US 55674	04 A	22-10-1996	KR	139976 B	01-06-199

EPO FORM P0461

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82